ENEPEX
ENCONTRO DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO
8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

# DETERMINAÇÃO DOS TEORES DOS MACRONUTRIENTES Ca, K e Mg EM ESPÉCIES OLEAGINOSAS ALTERNATIVAS POR AAS

**Kamyla Cabolon Pengo** [1]; **Jorge Luiz Raposo Junior** [2]
UFGD-FACET, C. Postal 533, 79804-970 Dourados-MS, E-mail: jorgejunior@ufgd.edu.br
[1]Bolsista PIBIC/UFGD, [2] Pesquisador FACET/UFGD.

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo a determinação de Ca, K e Mg em amostras de tecido vegetal de espécies oleaginosas por meio da espectrometria atômica em chama utilizando digestão ácida em sistema aberto (bloco digestor) como procedimento de preparo de amostra. O método de determinação utilizou curvas de calibração entre de 0,5 – 4,0 mg $L^{-1}$ para Ca, K e Mg, com coeficientes de correlação superiores a 0,9980, limites de detecção de 0,2287 mg $L^{-1}$ Ca, 0,00961 mg $L^{-1}$ K e 0,0989 mg $L^{-1}$ Mg, e valores de RSD inferiores à 6,4%. Os resultados obtidos apresentaram teores entre 9,18 – 16,5 mg $g^{-1}$ Ca, 18,70 – 33,15 mg $g^{-1}$ K e 2,69 – 5,50 mg $g^{-1}$ de Mg. Esses resultados foram satisfatórios, pois permitiram determinar os três elementos utilizando a espectrometria atômica.

**Palavras-chave**: espécies oleaginosas, macronutrientes, espectrometria atômica.

## INTRODUÇÃO

Espécies oleaginosas alternativas têm sido investigadas como culturas promissoras na produção de óleo vegetal em substituição à cultura da soja. Dentre as espécies alternativas de oleaginosas podemos destacar o crambe (*Crambe abyssinica* Hoechst), o nabo forrageiro (*Raphanus stivus* L. var. *oleiferus* Metzg.), a colza (*Brassica napus L.* var. *colza oleifera*), o cártamo (*Carthamus tinctorius* L.) e o niger (*Hyoscyamus niger*) (ARAÚJO, 2009; BROCH, 2009; PITOL, 2007).

A etapa de preparo de amostras é muito importante, pois a amostra deve estar em condições ideais para que possa ser introduzida no equipamento de análise (KRUG, 2010).

Para a determinação dos teores de metais em sementes oleaginosas, é necessária a transformação da matriz orgânica em uma forma inorgânica simples, para isso a amostra é submetida, como descrito em inúmeros trabalhos, a um processo de decomposição ácida (SKOOG, 1996).

A espectrometria atômica apresenta-se como técnica analítica instrumental de grande importância na determinação de espécies inorgânicas, seja ela pela robustez ou pelo caráter multielementar (FRANKEL,1996). Na espectrometria de absorção atômica (AAS), medimos a quantidade de luz absorvida em função do comprimento de onda. Isso pode fornecer tanto as informações qualitativas como quantitativas sobre a amostra (SKOOG, 2006). Já na espectrometria de emissão atômica (AES) utiliza a medição quantitativa da emissão óptica de átomos excitados para determinar a concentração da substância a ser analisada. A energia térmica é utilizada tanto no processo de atomização, como para excitação dos átomos gasosos.

Sendo assim, este trabalho objetiva a determinação de Ca, K e Mg em amostras de folhas de espécies oleaginosas alternativas por meio da espectrometria atômica.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os equipamentos utilizados foram estufa (*Orion*® modelo 515), moinho multiuso (*Tecnal*® modelo TE-631), balança analítica (*Bioprecisa*® modelo FA2104N) e um bloco digestor TE-007MP (Tecnal®, Brasil).

Os reagentes utilizados no procedimento foram água ultrapura (Millipore Milli-Q Academic®), ácido clorídrico (HCl) [37% (v/v), Vetec®, Brasil] e ácido nítrico ($HNO_3$) [65% (v/v) Vetec®, Brasil].

As soluções analíticas multielementares contendo 0,50 – 4,00 mg $L^{-1}$ Ca, K e Mg foram preparadas por diluição apropriada das soluções padrão estoque monoelementar de 1000 mg $L^{-1}$ (SpecSol® SRM-682) em meio de 1,0% (m/v) de La e 1,0% (v/v) de $HNO_3$.

Após a coleta das folhas, estas foram previamente limpas. Em seguida levada à estufa para secagem por um período de 72 horas à temperatura de 70 ºC, posteriormente moídas e armazenadas.

Para a digestão das amostras em bloco digestor foram pesadas 0,5000 g (± 0,0001 g) de amostra e adicionaram-se 4,5 mL de HCl e 1,5 mL de $HNO_3$. A mistura foi deixada em repouso por 12 horas (*overnight*) para pré-digestão. Em seguida as amostras foram submetidas a aquecimento lento em bloco digestor até 180 ºC com adições de 1,0 mL de $HNO_3$ em 150°C e 165°C.

Os digeridos finais foram filtrados em papel de filtro e transferidos para tubos de polipropileno de 50 mL e foi adicionado solução de 1,0% (m/v) de La e volume completado para 25 mL com água ultrapura. As soluções do branco foram preparadas pela adição apenas dos reagentes nas proporções descritas para o procedimento nos frascos de reação, e estes eram submetidos ao mesmo tratamento adotado para a digestão, diluição e armazenamento.

A determinação dos teores de Ca e Mg nos extratos foi feita utilizando um espectrômetro de absorção atômica em chama AA 240FS (Agilent Technologies®, EUA) utilizando lâmpadas de cátodo oco monoelementares nos comprimentos de onda 422,7 nm (Ca) e 202,6 nm (Mg). A atomização dos elementos foi feita com mistura gasosa composta por ar/$C_2H_2$ (13:2 L $min^{-1}$) e taxa de aspiração fixada em 5,0 mL $mim^{-1}$. Todas as medidas foram feitas com 3 repetições. A determinação dos teores de K foi feita utilizando o mesmo equipamento citado acima, porém operando em modo emissão atômica, no comprimento de onda 766,5 nm. A atomização e excitação do elemento foram feitas com mistura gasosa composta por ar/$C_2H_2$ (13:2 L $min^{-1}$) e taxa de aspiração fixada em 5,0 mL $mim^{-1}$. Todas as medidas foram feitas com 3 repetições. Todos os parâmetros instrumentais estão descritos na tabela 1.

**Tabela 1**. Parâmetros instrumentais do AA 240FS para determinação de Ca, K e Mg em folhas de espécies oleaginosas.

| **Parâmetros Instrumentais** | Ca | K | Mg |
|---|---|---|---|
| Linha atômica (nm) | 422,7 | 766,5 | 202,6 |
| Composição da chama | ar/acetileno | ar/acetileno | ar/acetileno |
| Vazão de acetileno (L $min^{-1}$) | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Vazão de oxidante (L $min^{-1}$) | 13,0 | 13,0 | 13,0 |
| Queimador (mm) | 100 | 100 | 100 |
| Taxa de aspiração (mL $min^{-1}$) | 5,0 | 5,0 | 5,0 |

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figuras 1 ilustra curvas de calibração obtidas para a determinação de Ca, K e Mg em amostras de tecido vegetal.

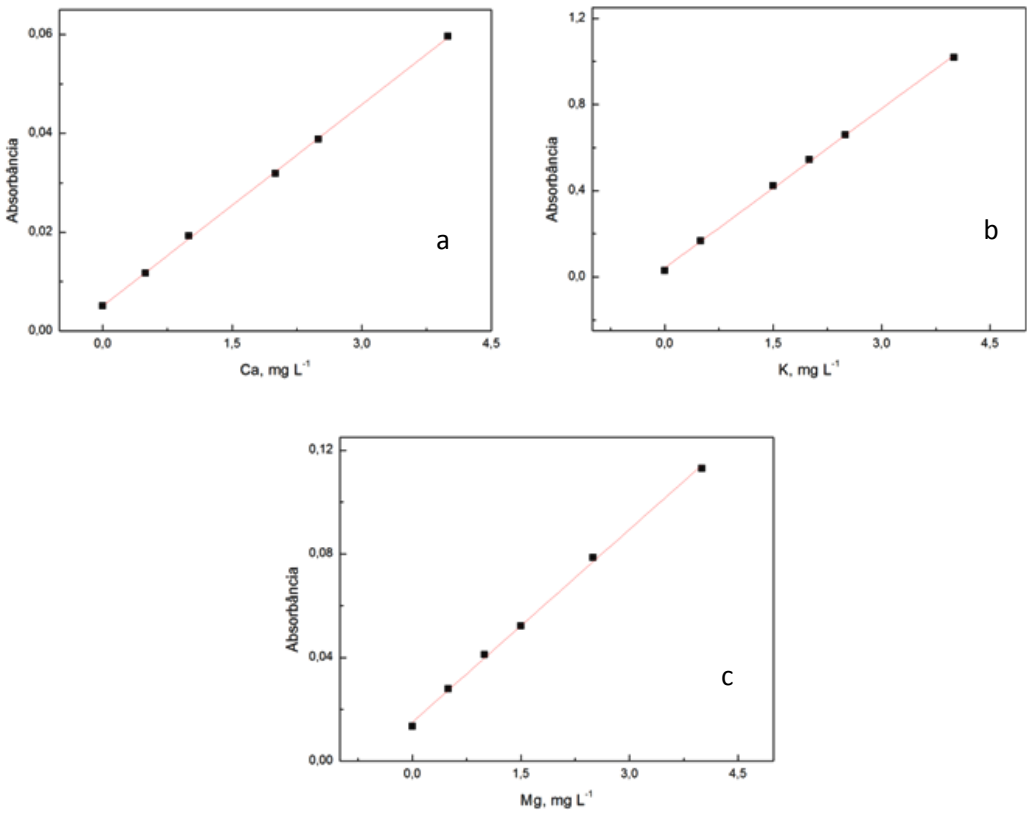


**Figura 1.** Curvas de calibração obtidas para determinação de cálcio em 422,7 nm (a), potássio em 766,5 nm (b) e de magnésio em 202,6 nm (c).

Os principais parâmetros de confiabilidade analítica estão descritos na Tabela 2.

**Tabela 2.** Parâmetros de confiabilidade analítica relativos à determinação de K em sementes oleaginosas por FAES.

| **Elemento** | **Sensibilidade** | **R** | **LD** (mg $L^{-1}$) | **LQ** (mg $L^{-1}$) | **RSD** (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| Ca | 0,01507 | 0,9996 | 0,2287 | 0,7623 | 6,4 |
| K | 0,24626 | 0,9989 | 0,0096 | 0,0320 | 3,5 |
| Mg | 0,02479 | 0,9985 | 0,0989 | 0,3297 | 6,1 |

Os intervalos lineares de trabalho estabelecido para determinar Ca, K e Mg foram de 0,5 – 4,0 mg $L^{-1}$, e todos apresentaram coeficientes de correlação lineares superior à 0,9980.

Os resultados obtidos empregando o procedimento de digestão ácida em bloco digestor estão descritos na Tabela 3.

**Tabela 3.** Resultados (média ± desvio padrão) da determinação (n= 3) dos teores de Ca, K e Mg em tecido vegetal de niger e cártamo por espectrometria atômica empregando o procedimento de digestão em sistema aberto com aquecimento em bloco digestor.

| Amostra | Ca, mg $g^{-1}$ | K, mg $g^{-1}$ | Mg, mg $g^{-1}$ |
|---|---|---|---|
| Niger | 16,05 ± 0,40 | 18,70 ± 0,93 | 5,50 ± 0,20 |
| Cártamo | 9,18 ± 0,05 | 33,15 ± 1,70 | 2,69 ± 0,09 |

Foi possível a determinação dos macronutrientes nas duas amostras de folhas utilizado a espectrometria atômica. A amostra de niger apresentou maiores teores de Ca e Mg em comparação com a amostra de cártamo. Já os maiores teores de K foram determinados nos digeridos de cártamo.

## CONCLUSÃO

Os resultados obtidos mostraram que o procedimento de digestão em bloco digestor foi eficiente. O método apresentou sensibilidade, valores de coeficientes de correlação superiores a 0,9980 e desvios padrão relativos (%RSD) satisfatórios para a determinação Ca e Mg por espectrometria de absorção e K por emissão atômica em chama em folhas de espécies oleaginosas.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a UFGD pela bolsa concedida à acadêmica Kamyla Cabolon Pengo e a Fazenda Experimental de Ciências Agrárias da UFGD.

## REFERÊNCIAS

ARAÚJO, P. M.; CALEGARI, A.; LEME, M. C. J.; MOURA, N. C.; PEREIRA, J. D. Avaliação de plantas oleaginosas potenciais para produção de óleo na safra de inverno do paraná. Anais do 6º Congresso Brasileiro de Plantas Oleaginosas, Óleos, Gorduras e Biodiesel. Montes Claros – MG, 2009. v.1, p. 3535 – 3543.

BROCH, D. L.; PITOL, C.; RANNO, S. K.; BAES, I. M. B.; SILVA, O. M. Culturas oleaginosas de outono/inverno e integração lavoura/pecuária como alternativas para reagião sul de Mato Grosso do Sul. Tecnologia e Produção - Soja e Milho 2008/2009 , p. 183–200, 2009.

FRANKEL, E. N. *Antioxidants in lipid foods and their impact on food quality*. Food Chemistry, 71 (3), 255-259, 1996.

KRUG, F. J; NÓBREGA, J. A. A Sequência Analítica. In: KRUG, F. J. Métodos de preparo de amostras; fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar. Piracicaba: 1ª Ed. rev., CENA/USP, 2010. Cap.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J. Fundamentals of analytical chemistry. 1ª. Ed. Fort Worth: Saunders College Pub., 1996

PITOL, C. Biodiesel: Culturas, sistema de produção e rotação de culturas. Tecnologia e Produção – Culturas: Safrinha e Inverno , 2007.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. *Fundamentos de Química Analítica*, 8ª Ed., São Paulo: Trad. de M.T. Grassi, Cengage Learning, 2006.